



Practitioner's Docket No. U012959-5

PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of: Leonid Alexeevich Polyakov, et al Group No.: 2881

Serial No.: 09/667,282

Filed: September 22, 2000

Examiner:

For: METHOD OF SEPARATION OF PALLADIUM ISOTOPES IN ELECTROMAGNETIC  
SEPARATOR USING A SOURCE OF IONS

Assistant Commissioner for Patents  
Washington, D.C. 20231

### TRANSMITTAL OF CERTIFIED COPY

Attached please find the certified copy of the foreign application from which priority is claimed  
for this case:

Country: Russian Federation

Application  
Number: 99125195

Filing Date: November 29, 1999

**WARNING:** "When a document that is required by statute to be certified must be filed, a copy, including a photocopy  
or facsimile transmission of the certification is not acceptable." 37 C.F.R. 1.4(f) (emphasis added).

RECEIVED  
JAN 23 2001  
TECHNOLOGY CENTER 2800

### CERTIFICATE OF MAILING (37 C.F.R. 1.8a)

I hereby certify that this correspondence is, on the date shown below, being deposited with the United States Postal Service  
with sufficient postage as first class mail in an envelope addressed to the Assistant Commissioner for Patents, Washington,  
D.C. 20231.

Date: January 16, 2001

Signature

William R. Evans

(type or print name of person certifying)

(Transmittal of Certified Copy—page 1 of 2) 5-4

Reg. No. 25,858

Tel. No.: (212) 708-1930

Customer No.:

  
\_\_\_\_\_  
SIGNATURE OF PRACTITIONER

William R. Evans

\_\_\_\_\_  
(type or print name of practitioner)

\_\_\_\_\_  
P.O. Address

\_\_\_\_\_  
c/o Ladas & Parry  
26 West 61<sup>st</sup> Street  
New York, N.Y. 10023

NOTE: *"The claim to priority need be in no special form and may be made by the attorney or agent, if the foreign application is referred to in the oath or declaration, as required by § 1.63." 37 C.F.R. 1.55(a).*



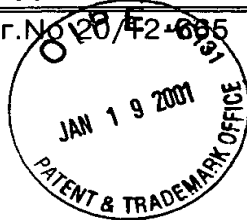
РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ  
(РОСПАТЕНТ)



**ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ИНСТИТУТ ПРОМЫШЛЕННОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

рег. № 99125195

"3" октября 2000 г.



### СПРАВКА

Федеральный институт промышленной собственности Российского агентства по патентам и товарным знакам настоящим удостоверяет, что приложенные материалы являются точным воспроизведением первоначального описания, формулы и чертежей (если имеются) заявки на выдачу патента на изобретение № 99125195, поданной в ноябре месяце 29 дня 1999 года (29.11.99).

**Название изобретения**

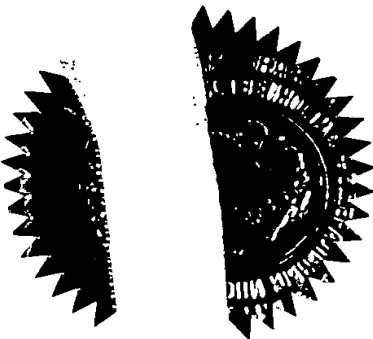
Способ разделения изотопов палладия  
в электромагнитном сепараторе с использованием источника ионов

**Заявитель**

КОМБИНАТ "Электрохимприбор"

**Действительный автор(ы)**

ПОЛЯКОВ Леонид Алексеевич  
ТАТАРИНОВ Алексей Николаевич  
МОНАСТЫРЁВ Юрий Александрович  
ОГОРОДНИКОВ Сергей Георгиевич



TECHNOLOGY CENTER 2800

JAN 23 2001

RECEIVED

Уполномоченный заверить копию  
заявки на изобретение

Г.Ф. Востриков  
Заведующий отделом

# СПОСОБ РАЗДЕЛЕНИЯ ИЗОТОПОВ ПАЛЛАДИЯ В ЭЛЕКТРОМАГНИТНОМ СЕПАРАТОРЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИСТОЧНИКА ИОНОВ

МПК<sup>Б</sup> B01D59/48

Изобретение относится к технологии электромагнитного разделения изотопов химических элементов, а точнее, к электромагнитному разделению изотопов палладия.

Изобретение наиболее эффективно может быть использовано для промышленного электромагнитного разделения стабильных изотопов палладия: палладия-102, палладия-104, палладия-105, палладия-106, палладия-108, палладия-110.

Известен способ разделения изотопов химических элементов, применяемый для промышленного электромагнитного разделения изотопов, предусматривающий нагрев тигля с рабочим веществом и газоразрядной камеры тепловым излучением от нагревателей активного сопротивления, ионизация молекул рабочего вещества в газоразрядной камере, из которой ионы извлекаются и формируются в ионный пучок, разделяемый и фокусируемый магнитным полем в соответствии с массой изотопов и улавливаемый коробками приемника (Н.А.Кашев, В.А.Дергачев. "Электромагнитное разделение изотопов и изотопный анализ". М, "Энергоатомиздат", 1989г).

Недостатком указанного способа является то, что он малоэффективен при разделении элементов платино-палладиевой группы.

Из известных способов промышленного разделения изотопов палладия в электромагнитном сепараторе с использованием источника ионов наиболее близким по технической сущности является способ, описанный в работе (В.П.Бочин, Б.Е.Гаврилов, В.С.Золотарев. "Isotopenpraxis" Heft 6 (1971) 232).

Способ разделения изотопов палладия, описанный в указанном источнике информации, заключается в следующем. Пары рабочего вещества образуются в процессе нагрева при температуре до 1000 °С в тигле источника в результате реакции металлического порошкообразного палладия и газообразного фтора, поступающего в тигель через систему натекания. Ионы образуются в парах рабочего вещества в газоразрядной камере источника под действием электронной эмиссии с термокатода, откуда они извлекаются и формируются в ионный пучок электродами ионно-оптической системы. В процессе пролета через откачиваемую разделительную камеру ионные пучки изотопов палладия разделяются в постоянном магнитном поле, в зависимости от массы изотопов (Pd-102, Pd-104, Pd-105, Pd-106, Pd-108 и Pd-110) фокусируются этим полем и улавливаются соответствующими коробками приемника.

Недостаток известного способа разделения изотопов палладия в электромагнитном сепараторе с использованием источника ионов заключается в том, что технический результат неудовлетворительный ввиду получения низкого обогащения улавливаемых изотопов по причине рассеяния изотопных пучков на молекулах остаточного газа, в основном, фтора, не прореагировавшего с металлическим палладием. Кроме этого, наличие дополнительного параметра - давления фтора в тигле источника и в разделительной камере, значительно усложняет подбор режимов фокусировки.

Другими недостатками известного способа являются:

- необходимость использования специальных коррозионно-стойких к воздействию фтора конструкционных материалов;

- обеспечение специальных с точки зрения безопасности мер защиты, что представляет сложную проблему в условиях промышленного производства.

Технический результат изобретения - увеличение обогащения разделяемых изотопов палладия.

Поставленная цель достигается тем, что в качестве рабочего вещества используется металлический палладий. Данное рабочее вещество не гигроскопично, слабо реагирует с конструкционными материалами и образует давление паров, достаточное для поддержания устойчивого горения дуги разряда в диапазоне температур  $1500 + 1700^{\circ}\text{C}$ . Использование в качестве рабочего вещества металлического палладия (в виде порошка, губки, слитка и т.п.) позволило в условиях производства получить хорошую фокусировку ионных пучков и увеличить обогащение разделяемых изотопов палладия.

Проведенный анализ общедоступных источников информации об уровне техники не позволил выявить техническое решение, тождественное заявленному, на основании чего делается вывод о неизвестности последнего, т.е. соответствии представленного в настоящей заявке изобретения критерию "новизна".

Сопоставительный анализ заявленного решения с известными техническими решениями позволил выявить, что представленная совокупность отличительных признаков неизвестна для специалиста в данной области и не следует явным образом из известного уровня техники, на основании чего делается вывод о соответствии представленного в настоящей заявке изобретения критерию "изобретательский уровень".

Для пояснения изобретения ниже представлен пример осуществления способа разделения изотопов палладия в электромагнитном сепараторе с использованием источника ионов. Для эксперимента использовалась одна из разделительных камер промышленного электромагнитного сепаратора "СУ-20" комбината "Электрохимприбор", г.Лесной, Свердловской области. Навеску губчатого металлического палладия размещали в графитовом тигле, совмещенном с газоразрядной камерой источника ионов. После установки источника и шестикоробочного приемника в разделительную камеру сепаратора производили откачку камеры вакуумными насосами до давления  $(1 + 2) \cdot 10^{-3}$  Па и высоковольтную тренировку источника до напряжения  $33 + 35$  кВ.

С целью получения электронного пучка в газоразрядной камере источника подавали напряжения на катодный блок, обеспечивающие: ток через нить накала -  $70 + 80$  А, напряжение между нитью и термомкатодом -  $0,8 + 1,0$  кВ, ток эмиссии -  $0,5 + 0,6$  А. При токе дугового разряда  $0,5 + 1,5$  А и напряжении разряда  $150 + 350$  В осуществлялась ионизация паров рабочего вещества, образование которых происходило при мощности нагревателя тигля  $2500 + 4000$  Вт.

Образующиеся ионы палладия с помощью ионно-оптической системы вытягивались через щель газоразрядной камеры и формировались в ионный пучок, который под действием ускоряющего напряжения и постоянного магнитного поля  $2600$  Э в камере разделялся на шесть ионных пучков изотопов в соответствии с массами ионов. Данные пучки изотопов фокусировались магнитным полем в фокальной плоскости, в которой помещались входы в коробки приемника.

После накопления приемники вынимали из разделительной камеры, методом анодного травления производили съем изотопов из коробок, полученный изотопнообогащенный раствор анализировали на обогащение и перерабатывали до конечного продукта.

В процессе опытно-промышленного разделения на электромагнитном сепараторе "СУ-20" комбината "Электрохимприбор", г.Лесной, Свердловской области получено:

- изотопа Pd-102 с обогащением  $85,4 + 92,9\%$  - 3 г;
- изотопа Pd-104 с обогащением  $96,6 + 98,4\%$  - 34 г;
- изотопа Pd-105 с обогащением  $98,4 + 99,1\%$  - 65 г;
- изотопа Pd-106 с обогащением  $99,1 + 99,5\%$  - 82 г;
- изотопа Pd-108 с обогащением  $99,4 + 99,6\%$  - 86 г;
- изотопа Pd-110 с обогащением  $99,2 + 99,5\%$  - 35 г.

В таблице приведены основные параметры способа разделения изотопов палладия по заявляемому техническому решению.

Предложенный способ разделения изотопов палладия в электромагнитном сепараторе с использованием источника ионов по сравнению с существующими методами показал свою высокую эффективность в получении технико-экономического результата. Использование на практике заявляемого технического решения дает возможность эффективно использовать указанный способ для промышленного электромагнитного разделения изотопов палладия и получения изотопов: Pd-102, Pd-104, Pd-105, Pd-106, Pd-108 и Pd-110 с более высоким обогащением. Исключение использования процесса фторирования позволило отказаться от необходимости применения сложных мер безопасности при работе с газообразным фтором, что, в конечном итоге, улучшает условия труда персонала.



Таблица

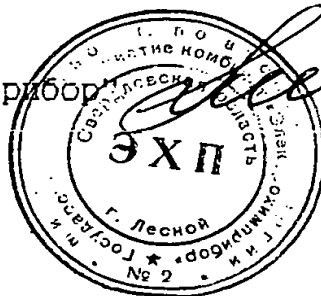
N п/п	Основные параметры	Заявляемое техническое решение
1.	Источник	без системы натекания
2.	Рабочее вещество	металлический Pd
3.	Ток дугового разряда, А	0,5 + 1,5
4.	Напряжение дугового разряда, В	150 + 350
5.	Мощность нагревателя тигля, Вт	2500 + 4000
6.	Давление в разделительной камере, Па	$(1 + 2) \cdot 10^{-3}$
7.	Загрузка Pd в тигель, г	15 + 20
8.	Среднее время работы источника, час	25 + 30
9.	Ионный ток на приемник, мА	15 + 25

Реализация заявленного технического решения возможна на существующем оборудовании без дополнительного обучения персонала навыкам работы.

Заявитель:

Главный инженер

комбината "Электрохимприбор"



В.М.Цивилин

## ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ разделения изотопов палладия в электромагнитном сепараторе с использованием источника ионов, включающий размещение рабочего вещества в совмещенном с газоразрядной камерой графитовом тигле источника ионов, нагрев рабочего вещества до парообразного состояния, ионизация паров рабочего вещества в газоразрядной камере источника под действием электронной эмиссии с термокатода, формирование ионного пучка электродами ионно-оптической системы, разделение и фокусирование ионных пучков изотопов в магнитном поле, улавливание ионов коробками приемника, отличающийся тем, что в качестве рабочего вещества используют металлический палладий, а температуру нагрева тигля и газоразрядной камеры поддерживают в пределах  $1500 \pm 1700$  °С.

Заявитель:

Главный инженер

комбината "Электрохимприбор"

В. М. Цивилин



## РЕФЕРАТ

(54) Название изобретения. Способ разделения изотопов палладия в электромагнитном сепараторе с использованием источника ионов.

(57) Использование: В технологии электромагнитного способа разделения изотопов палладия.

Цель: Увеличение обогащения разделяемых изотопов палладия.

Сущность изобретения: Размещение рабочего вещества, в качестве которого использован металлический палладий в совмещенном с газоразрядной камерой тигле источника ионов, нагрев рабочего вещества до парообразного состояния, ионизация паров рабочего вещества в газоразрядной камере источника под действием электронной эмиссии с термокатода, формирование ионного пучка электродами ионно-оптической системы, разделение и фокусирование ионных пучков изотопов в магнитном поле, улавливание ионов коробками приемника, при этом температуру нагрева тигля и газоразрядной камеры поддерживают в пределах  $1500 \pm 1700$  °C.

Положительный эффект: Позволяет эффективно использовать указанный способ для промышленного электромагнитного разделения изотопов палладия и получения изотопов: Pd-102, Pd-104, Pd-105, Pd-106, Pd-108 и Pd-110 с более высоким обогащением.

Монастырев Ю. А.



RUSSIAN AGENCY FOR PATENTS  
AND TRADEMARKS

FEDERAL INSTITUTE OF INDUSTRIAL PROPERTY (FIPS)

Registration No. 20/12-665

"03" October 2000

C E R T I F I C A T E

Federal Institute of Industrial Property of the Russian Agency For Patents and Trademarks certify hereby that the documents appended herewith represent a facsimile reproduction of the original Complete specification, claims and drawings (if any) of the Patent Application No. 99125195 filed on the 29th day of the month of November in the year 1999.

Title of the Invention: METHOD OF SEPARATION OF PALLADIUM ISOTOPES IN ELECTROMAGNETIC SEPARATOR USING A SOURCE OF IONS

Applicant: KOMBINAT  
"Elektrokhimpribor"

Actual Authors: POLYAKOV Leonid Alexeevich  
TATARINOV Alexei Nikolaevich  
MONASTYREV Jury Alexandrovich  
OGORODNIKOV Sergei Georgievich

On behalf of the Agency

G.F.Vostrikov  
Department Manager

METHOD OF SEPARATION OF PALLADIUM ISOTOPES IN  
ELECTROMAGNETIC SEPARATOR USING A SOURCE OF IONS

IPC<sup>6</sup> B01D59/48

The present invention relates to the technology of electromagnetic separation of isotopes of chemical elements, particularly, to electromagnetic separation of palladium isotopes.

The present invention can be most effectively used for industrial electromagnetic separation of stable palladium isotopes: palladium-102, palladium-104, palladium-105, palladium-106, palladium-108, palladium-110.

It is known a method of separation of isotopes of chemical elements used for industrial electromagnetic separation of isotopes providing heating of a crucible with working substance and a gas-discharge chamber by thermal radiation of active resistance heaters, ionization of molecules of the working substance in the gas-discharge chamber, ions being extracted therefrom and formed in an ionic beam being separated and focused by magnetic field according to the mass of isotopes and entrapped by receiving boxes (N.A. Kascheev, V.A. Dergatchev. "Electromagnetic separation of isotopes and isotopic analysis". Moscow, "Energoatomizdat", 1989).

Deficiency of the stated method is in that it has low efficiency of separation of the elements of platinum-palladium group.

The method described in the work (V.P. Botchin, B.E. Gavrilov, V.S. Zolotariov. "Isotopenpraxis" Heft 6 (1971) 232) is the closest on technical essence known method of industrial separation of palladium isotope in electromagnetic separator with use of a source of ions.

The method of separation of palladium isotopes described in the cited reference consists is the following. Vapors of the working substance being formed during heating at temperature up to 1000°C in a crucible of the source in result of reaction of metal powder palladium and fluorine gas fed into the crucible through an inleakage system. The ions being formed in vapors of the working substance in the gaseous chamber of the source under action of electron emission of a hot cathode where they being drawn from and formed into ionic beam by electrodes of an ion-optical system. In process of passing through the pumped out separating chamber the ionic beams of palladium isotopes being separated in static magnetic field depending on mass of isotopes (Pd-102, Pd-104, Pd-105, Pd-106, Pd-108 and Pd-110), being focused by this field and entrapped by the relevant receiving boxes.

Drawback of the known method of palladium isotope separation in electromagnetic separator with use of a source of ions is in that the technical result is unsatisfactory because of low enrichment of entrapped isotopes due to dispersion of isotope beams on molecules of the residual gas, mainly fluorine, not reacted with metal palladium. Besides, presence of an additional parameter -

pressure of fluorine - in the source crucible and in the separating chamber considerably complicates selection of focusing modes.

Other deficiencies of the known method are the following:

- necessity to use special constructional materials being corrosion-resistant to action of fluorine;
- special safety measures of protection which is a complicated problem in conditions of industrial manufacture.

The technical result of the present invention is in increasing of enrichment of separated palladium isotopes.

The stated object is achieved by that metal palladium being used as working substance. This working substance is not hygroscopic, feebly reacts with constructional materials and creates pressure vapors sufficient for maintaining a steady arc discharge in temperature span from 1500 to 1700°C. The use of metal palladium (in form of powder, sponge, ingot etc.) as working substance allowed to obtain good focusing of ionic beams in manufacture conditions and to increase enrichment of separated palladium isotopes.

The performed analysis of the generally available sources of information in respect to the prior art, did not allow to reveal a technical solution, identical to the claimed one, hence a conclusion was drawn, that the latter is unknown, i.e. the invention presented in the present Application conforms to the criterion "novelty".

A comparative analysis of the claimed solutions with the known technical solutions allowed to reveal, that the presented combination of the characterizing features was unknown to experts in the art and did not obviously follow from the known art, on the basis of that it was drawn a conclusion about conformity of the invention stated in the present Application to the criterion "inventive level".

An example of embodiment of the method of palladium isotope separation in electromagnetic separator with use of a source of ions is presented below for explanation of the invention. One of separating chambers of the industrial electromagnetic separator "SU-20" - production of the industrial complex "Electrohimpribor", Russia - was used for the experiment. A weighed portion of spongy metal palladium was placed in a graphite crucible combined with a gas-discharge chamber of the ions source. After installation of the source and a six-boxes receiver in the separating chamber of the separator the chamber was pumped-out by vacuum pumps up to the pressure  $(1-2) \cdot 10^{-3}$  Pa and the source was high-voltage trained of up to voltage 33-35 kV.

To obtain an electron beam in the gas-discharge chamber of the source the cathode block was applied voltages ensuring: filament current - 70-80 A, voltage between filament and hot cathode - 0.8-1.0 kV, emission current - 0.5-0.6 A. At current of arc discharge 0.5-1.5 A and voltage of discharge 150-350 V ionization was carried out



of the vapors of working substance formed at power of crucible heater of 2500 - 4000 W.

Formed palladium ions were drawn out through a slot of the gas-discharge chamber with help of an ion-optical system and were shaped in an ionic beam which under action of accelerating voltage and static magnetic field of 2600 Oersted in the chamber was separated on six ionic beams of isotopes according to masses of the ions. These beams of isotopes were focused by magnetic field in a focal plane where inlets of the receiver boxes were positioned.

After accumulation the receivers were taken out from the separating chamber, isotopes were removed by the method of anodic pickling from the boxes, obtained isotopic enriched solution was analyzed on enrichment and processed to the finished product.

Following isotopes were obtained in the process of experimental-industrial separation on electromagnetic separator "SU-20":

- isotope Pd-102 with enrichment 85.4-92.9 % - 3 g;
- isotope Pd-104 with enrichment 96.6-98.4 % - 34 g;
- isotope Pd-105 with enrichment 98.4-99.1 % - 65 g;
- isotope Pd-106 with enrichment 99.1-99.5 % - 82 g;
- isotope Pd-108 with enrichment 99.4-99.6 % - 86 g;
- isotope Pd-110 with enrichment 99.2-99.5 % - 35 g.

The table represents basic parameters of the method of palladium isotope separation according to the claimed technical solution.

The table

No.	Basic parameters	Clamed technical solution
1.	Source	without inleakage system
2.	Working substance	metal Pd
3.	Arc discharge current, A	0.5-1.5
4.	Arc discharge voltage, V	150-350
5.	Power of crucible heater, W	2500-4000
6.	Pressure in the separating chamber, Pa	$(1-2) \cdot 10^{-3}$
7.	Pd load in crucible, g	15-20
8.	Mean operating time of the source, hours	25-30
9.	Ionic current on the receiver, mA	15-25

The proposed method of palladium isotope separation in electromagnetic separator with use of a source of ions compared with the existing methods showed high performance in obtaining technical and economic result. Use in practice of the claimed technical solution enables to effectively use said method for industrial electromagnetic palladium isotope separation and deriving of isotopes: Pd-102, Pd-104, Pd-105, Pd-106, Pd-108 and Pd-110 with higher level of enrichment. Elimination of the fluorination process allowed to abandon application of complex security measures at work with gaseous fluorine, that, at the end, improves working conditions of the personnel.

Realization of the claimed technical solution is possible on the existing equipment without requirement to provide additional training of the personnel for raising the level of skill.

The Applicant:

chief engineer of

the industrial complex "Electrohimpribor"

V.M.Tsivilin

## CLAIMS

Method of palladium isotope separation in electromagnetic separator with use of a source of ions including placing of a working substance in a combined with gas-discharge chamber graphite crucible of the source of ions, heating of the working substance up to the vapor state, ionization of the vapors of the working substance in the gas-discharge chamber of the source under action of electron emission from a hot cathode, forming of an ionic beam by electrodes of ion-optical system, separation and focusing ionic beams of isotopes in magnetic field, entrapping the ions by receiving boxes, characterized in that metal palladium being used as working substance and temperature of heating of the crucible and the gas-discharge chamber being maintained within 1500-1700°C.

The Applicant:

Chief Engineer of

the Industrial Complex "Electrohimpribor"

V.M.Tsivilin

## ABSTRACT

(54) Title of the invention. Method of separation of palladium isotopes in electromagnetic separator using a source of ions

(57) Field of application: Technology of electromagnetic method of separation of palladium isotopes

Object: To increase of the rate of enrichment of separated palladium isotopes.

Essence of the invention: Placement of a working substance comprised by metal palladium in a combined with gas-discharge chamber crucible of a source of ions, heating of the working substance up to the vapor state, ionization of the vapors of the working substance in the gas-discharge chamber of the source under action of electron emission from a hot cathode, forming ionic beam by electrodes of ion-optical system, separation and focusing the ionic beams of isotopes in magnetic field, entrapping the ions by receiving boxes, thus temperature of the crucible heating and the gas-discharge chamber being maintained within 1500-1700°C.

Positive effect: The method could be effectively used for industrial electromagnetic palladium isotope separation and for obtaining isotopes: Pd-102, Pd-104, Pd-105, Pd-106, Pd-108 b Pd-110 with higher enrichment degree.

Monastyriov Yu.A.